

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-126546

(43)Date of publication of application : 16.05.1995

(51)Int.Cl.

C09B 67/20

(21)Application number : 05-310987

(71)Applicant : SANYO SHIKISO KK

(22)Date of filing : 06.11.1993

(72)Inventor : KITAMURA KUNJI

MIKI TOSHIYUKI

SAIKI SHUNJIRO

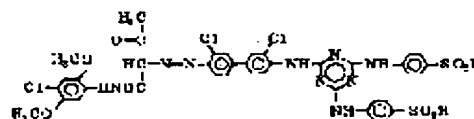
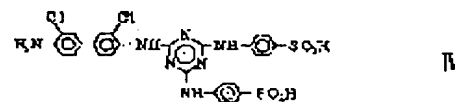
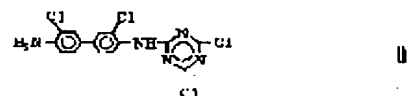
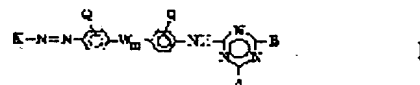
SAIKI MUTSUHIKO

(54) PIGMENT DISPERSANT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a pigment dispersant which gives a hardly aggregating dispersion by reacting 3, 3'-dichlorobenzidine with cyanuric chloride and then with sulfanilic acid and diazotizing and coupling the resulting product.

CONSTITUTION: This dispersant is a compd. represented by formula 1 or its metal, ammonium, or amine salt. In formula I, Q is H, halogen, lower alkyl, etc.; W is -CH₂-, -O-, -S-, etc.; m is 0 or 1; K is a coupler residue of an azo pigment; and A and B are each hydroxyl or a group of formula II (wherein Y is an ethylene group, etc.). The dispersant is prepd., e.g., by reacting an amino group of 3,3'-dichlorobenzidine with cyanuric chloride, reacting the resulting compd. represented by formula III with sulfanilic acid, diazotizing the resulting compd. represented by formula IV, and coupling the resulting compd. with acetoaceto-2,5-dimethoxy-4-chloroanilide.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

06.10.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's]

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-126546

(43) 公開日 平成7年(1995)5月16日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 9 B 67/20

識別記号

L

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 2 書面 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平5-310987

(22) 出願日 平成5年(1993)11月6日

(71) 出願人 000180058

山陽色素株式会社

兵庫県姫路市延末81番地

(72) 発明者 北村 勲次

兵庫県姫路市延末81番地 山陽色素株式会
社内

(72) 発明者 三木 敏行

兵庫県姫路市延末81番地 山陽色素株式会
社内

(72) 発明者 斎木 俊治郎

兵庫県姫路市延末81番地 山陽色素株式会
社内

(74) 代理人 弁理士 滝川 敏雄

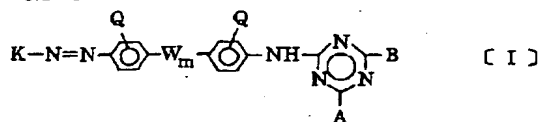
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料分散剤

(57) 【要約】

【構成】 一般式〔I〕〔化1〕で表わされる化合物又はその金属塩又はそのアンモニウムもしくはアミン塩である顔料分散剤。

【化1】



〔式中Kはアゾ系顔料用のカップラー成分残基、Qは水素原子、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基又は水酸基、Wはベンゼン環同志の結合成分、A、Bは水酸基又は-NH-Y-SO₃Hを示し、Yはエチレン基、フェニレン基もしくはナフチレン基であつて置換基を含むものであつてもよい、mは0又は1の整数。〕

【効果】 本発明の顔料分散剤はインキ、塗料などの非水系ビヒクルに対し、ほぼ全てのアゾ系顔料において顕著な改善効果を発揮し、インキ及び塗料などの流動性を

若しく改善するだけでなく、顔料の凝集を防ぎ、鮮明で優れた光沢を有する被膜を得ることができる。

チレン基であつて置換基を含むものであつてもよい。但しA、Bは夫々独立であり、少なくとも一方は〔化4〕で示される基である。

〔化4〕

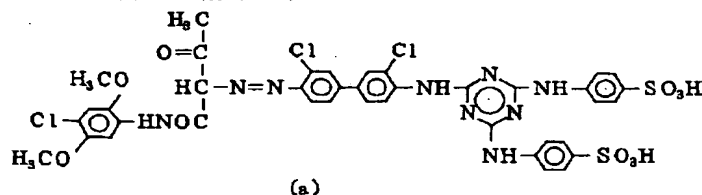
〔0008〕Yがエチレン基、フェニレン基、ナフチレン基であつてスルホン基1個を有する代表的なアミン成分としては、タウリン、スルファニル酸、メタニル酸、オルタニル酸、ナフチオン酸、トピアス酸、2-アミノフェノール-4-スルホン酸、2-メトキシアニリン-5-スルホン酸、4-クロロアニリン-3-スルホン酸、2-ニトロアニリン-4-スルホン酸、4B酸(p-トルイジン-m-スルホン酸)、2B酸(o-クロロ-p-トルイジン-m-スルホン酸)、C酸(3-アミ*

*ノ-6-クロロトルエン-4-スルホン酸)、CB酸(3-アミノ-6-クロロ安息香酸-4-スルホン酸)、ガンマー酸(2-アミノ-8-ナフトール-6-スルホン酸)などがあげられる。

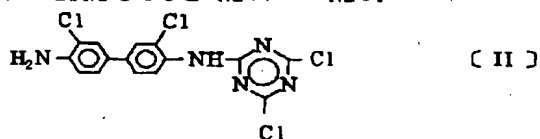
〔0009〕一般式〔1〕で示される化合物のアミン塩のアミンとしては、例えばステアリルアミン、デヒドロアビエチルアミン等があげられる。又金属塩の金属としては、Ba、Ca、Sr、Mn、Al等があげられる。

〔0010〕本発明の顔料分散剤を調製するには下記の1)、2)で示される2つの方法が代表的である。顔料分散剤(a)〔化5〕を例として調製法の概略を示す。

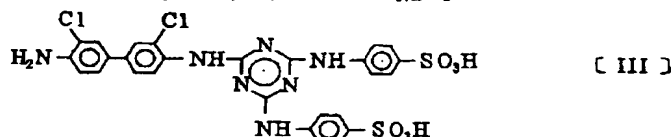
〔化5〕



〔0011〕1) まず3, 3'-ジクロロベンジジンの1個のアミノ基と塩化シアニルを反応させると〔化※6〕で示される化合物〔I I〕が得られる。

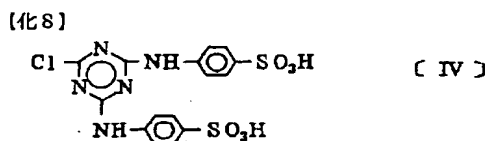


〔0012〕次に化合物〔I I〕とスルファニル酸を反応させると〔化7〕で示される化合物〔I I I〕(ペー★30)〔化7〕★ス)が得られる。



〔0013〕次に常法により化合物〔I I I〕をジアゾ化し、アセトアセト-2, 5-ジメトオキシ-4-クロロアニリドとカップリングさせると顔料分散剤(a)が得られる。

〔0014〕2) まず塩化シアニルとスルファニル酸を反応させると〔化8〕で示される化合物〔I V〕が得られる。



〔0015〕化合物〔I V〕と3, 3'-ジクロロベン

ジジンとを反応させると化合物〔I I I〕が得られる。次に常法により化合物〔I I I〕をジアゾ化し、アセトアセト-2, 5-ジメトオキシ-4-クロロアニリドとカップリングさせると顔料分散剤(a)が得られる。また1)、2)で示した以外にもさまざまな調製法が可能である。

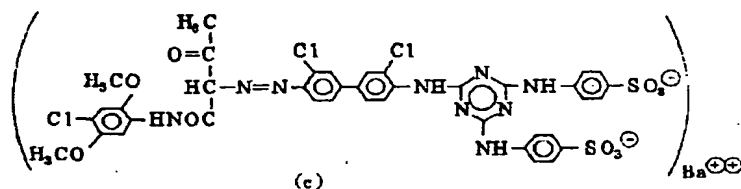
〔0016〕

〔作用〕本発明の顔料分散剤は市販のアゾ系顔料全般に優れた分散効果を発揮する。中でも最も効果を発揮するのは、同一もしくは類似構造のカップリング成分を有するアゾ系顔料に使用した場合である。本発明の顔料分散剤をアゾ系顔料100重量部に対し、0.5~30重量部配合するのが好ましい。0.5重量部より少ないと目的とする効果が得られず、また30重量部より多く用い

(5)

特開平7-126546

によりBaでレーキ化した〔化13〕の構造を有する顔
料分散剤(c)40.5部が得られた。 *



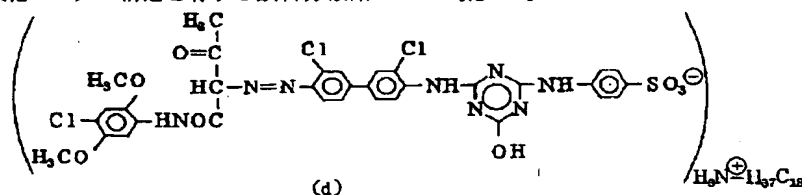
【0025】製造例4

10※カップリング反応後、

製造例2でカップリング反応までは全く同様に行ない、※

ステアリルアミン酢酸水溶液を添加し、最終、NaOH水溶液でpH≒10.5

に調整した後、ろ過、水洗し、ステアリルアミン塩とし ★ (d) 37.4部が得られた。
て取り出した〔化14〕の構造を有する顔料分散剤 ★ 【化14】

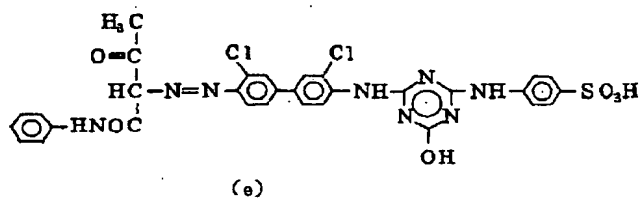


【0026】製造例5

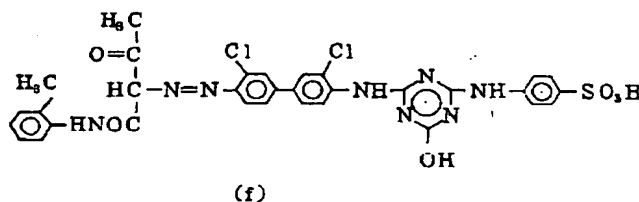
製造例2のアミンを使用し、ジアゾ化するまでは全く同
様とし、カップラーとしてアセトアセトアニリド、アセ
トアセト-オ-トルイジド、アセトアセト-オ-アニシ
ジド、5-アセトアセチルアミノベンズイミダゾロン、
1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン、1-(p

ートリル)-3-メチル-5-ピラゾロンをそれぞれ用
いた以外は製造例2の手順をくり返すことにより〔化1
5〕～〔化20〕の構造を有する顔料分散剤(e)～
(j)を得た。

【化15】



【化16】



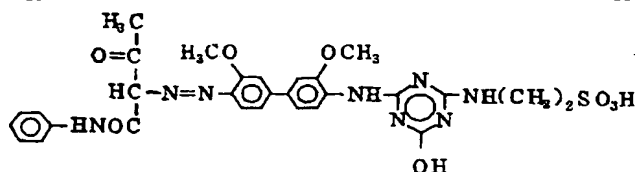
【化17】

(7)

特開平7-126546

11

12



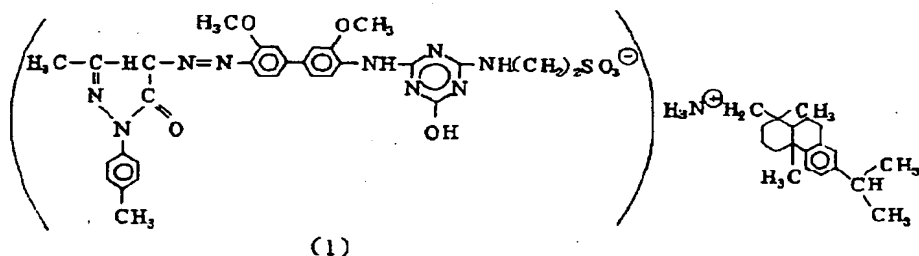
(k)

【0029】製造例7

製造例6のアミンを使用し、ジアゾ化するまでは全く同様に、カップラーとして1-(p-トリル)-3-メチル-5-ピラズロン、1-フェニル-3-カルボエトキシ-5-ピラズロンを用い、カップリング反応させ*

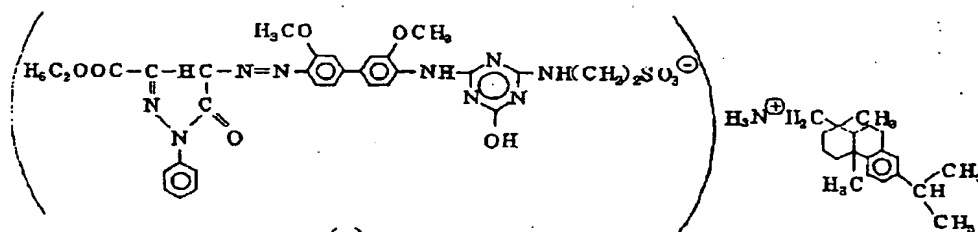
*た後、デヒドロアビエチルアミンでアミン塩とすること
 によつて【化23】【化24】の構造を有する顔料分散
 10 剤(1)(m)を得た。

【化23】



(1)

【化24】

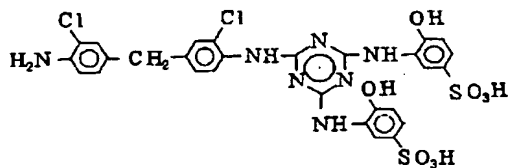


(m)

【0030】製造例8

水100部に4,4'-メチレンビス(2-クロロアニリン)10部を加え、分散させ、1個のアミノ基と反応する量の塩化シアヌル6.9部を加えて20℃で2時間反応させる。次に14.2部の2-アミノフェノール-4-スルホン酸を加え90℃で1時間反応させ【化25】の構造を有するアミン26.4部を得る。

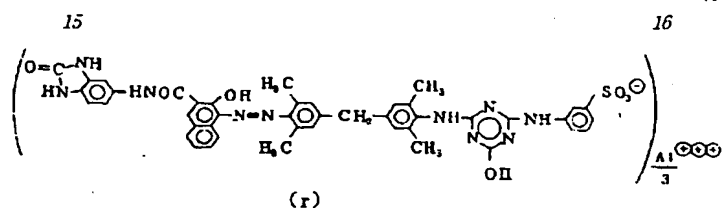
【化25】



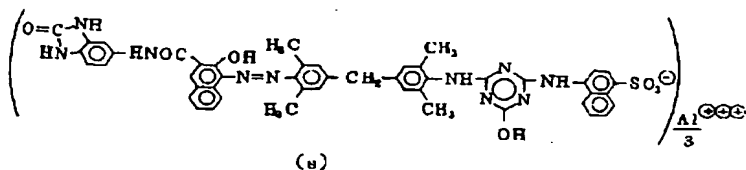
【0031】上記ベース25.0部を常法に従つてジアゾ化し、ナフトールAS-ITR12.4部とカップリング反応させることによつて【化26】の構造を有する顔料分散剤(n)36.3部が得られた。

【化26】

40



【化32】

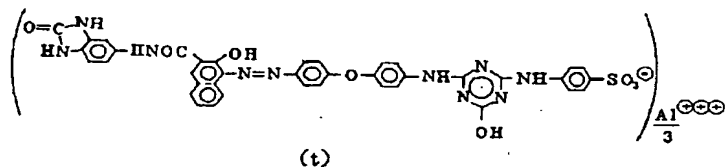


【0036】製造例12

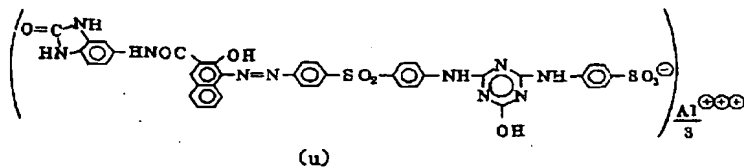
製造例10で4, 4'-メチレンジ-2, 6-キシリジンのかわりに4, 4'-ジアミノフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノフェニルスルホン、1, 4-Bis(4-アミノフェノキシ)ベンゼンを使用した以外は全*

*く同様の手順をくり返すことによつて【化33】～【化35】の構造を有する顔料分散剤(t)～(v)を得た。

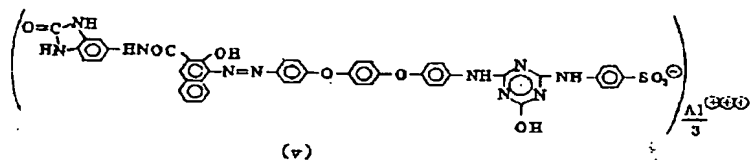
【化33】



【化34】



【化35】



【0037】製造例中の顔料分散剤(a)～(v)が目的とする構造になっていることの確認は、元素分析法により行なつた。元素分析はC、H、N、Cl、Sについて行ない、C、H、Nは自動分析法、Cl、Sはフラス※

※コ燃焼法のカラムクロマト法により行なつた。
【0038】次に顔料分散剤(a)、組成式(C₃₂H₃₂N₆O₁₀Cl₃S₂)についての元素分析結果を示す。

	C(%)	H(%)	N(%)	O(%)	Cl(%)	S(%)	合計(%)
理論値	48.9	3.3	13.2	16.7	11.1	6.7	99.9
分析値	48.5	3.4	13.4	※16.7	11.3	6.9	100.2

※ Oについては理論値の値を記入した。

【0039】この分析結果からC、H、N、Cl、Sのいずれについてもほぼ理論値に近い値が得られ、目的と

グラビア用ウレタンインキの粘度、沈降

	顔 料	顔料 分散剤	粘 度 cps			沈降 (%)
			30rpm	60rpm	30/60比	
比較例 1	C. I. ピグメントエロー 83	—	4380	2670	1.64	68.5
実施例 1	"	[a]	117	113	1.04	87.2
" 2	"	[b]	94	92	1.02	88.6
" 3	"	[c]	102	101	1.01	85.2
" 4	"	[d]	118	115	1.03	90.6
" 5	"	e	738	516	1.43	77.4
" 6	"	f	764	527	1.45	76.3
" 7	"	g	345	261	1.32	78.8
" 8	"	h	1045	692	1.51	74.1
比較例 2	C. I. ピグメントエロー 12	—	1522	976	1.56	64.3
実施例 9	"	[e]	104	103	1.01	80.6
" 10	"	b	658	487	1.35	68.9
" 11	"	f	126	121	1.04	76.5
比較例 3	C. I. ピグメントエロー 14	—	1368	864	1.58	65.7
実施例 12	"	[f]	106	104	1.02	83.2
" 13	"	b	808	573	1.41	72.6
" 14	"	c	128	124	1.03	81.4
比較例 4	C. I. ピグメントエロー 17	—	5640	3400	1.66	71.8
実施例 15	"	[g]	128	126	1.02	89.3
" 16	"	b	863	595	1.45	79.9
" 17	"	e	386	284	1.36	80.6
" 18	"	h	1074	726	1.48	75.4
比較例 5	C. I. ピグメントエロー 139	—	1820	1060	1.72	71.6
実施例 19	"	b	356	312	1.14	85.1
" 20	"	b	808	534	1.51	77.8

効果が認められたが、中でもカップラーの構造が同一の顔料に配合した場合に最も優れた効果が認められた。またこれらのインキは1週間放置後に同じ粘度計で測定しても粘度の増加はほとんど認められなかった。

【0047】実施例49

n-ブチルメタクリレート50重量%、ブチルメタクリレート30重量%、メタクリレート20重量%からなるアクリル共重合体10部、シクロヘキサノン74.9部に対し、Pigment Yellow 83 14.3部、顔料分散剤 (b) 0.8部を容器に入れ、ボールミルで十分に分散させ、カラーフィルター用黄色組成物を作成した。この組成物の流動性及び展色物の光沢を測定した結果を表2に示す。

【0048】比較例18

実施例49において顔料分散剤 (b) の添加を行わず、Pigment Yellow 83を15.1部とした黄色組成物を作成した。この組成物の流動性及び展色物の光沢を測定した結果を表2に示す。〔粘度、光沢の測定方法はグラビア用ウレタンインキの場合と同様に行なった。〕

【0049】実施例50

実施例49でPigment Yellow 83 14.3部、顔料分散剤 (b) 0.8部のかわりにPigment Yellow 139 14.3部、顔料分散剤 (h) 0.8部としたカラーフィルター用黄色組成物を作成した。この組成物の流動性及び展色物の光沢を測定した結果を表2に示す。

【0050】比較例19
実施例50において顔料分散剤 (h) の添加を行わず、Pigment Yellow 139 15.1部とした黄色組成物を作成した。この組成物の流動性及び展色物の光沢を測定した結果を表2に示す。

【0051】実施例51

実施例49でPigment Yellow 83 14.3部、顔料分散剤 (b) 0.8部のかわりにPigment Red 208 14.3部、顔料分散剤 (q) 0.8部としたカラーフィルター用赤色組成物を作成した。この組成物の流動性及び展色物の光沢を測定した結果を表2に示す。

【0052】比較例20

実施例51において顔料分散剤 (q) の添加を行わず、Pigment Red 208 15.1部とした赤色組成物を作成した。この組成物の流動性及び展色物の光沢を測定した結果を表2に示す。

【表2】

カラーフィルター用樹脂ワニスにおける粘度、光沢

	顔 料	顔料分散剤	粘 度 cPa			光沢 (%)
			6rpm	60rpm	G/60比	
比較例18	C.I.ピグメントイエロー83	—	5430	1064	5.10	75.2
実施例49	・	〔b〕	113	112	1.01	99.6
比較例19	C.I.ピグメントイエロー139	—	3650	838	4.36	68.4
実施例50	・	h	94	92	1.02	87.4
比較例20	C.I.ピグメントレッド208	—	4270	886	4.82	71.8
実施例51	・	〔q〕	108	107	1.01	96.0

【0053】表2に示したようにカラーフィルター用樹脂ワニスにおいても本発明による顔料分散剤を配合したものが、流動性、光沢において優れた結果を示した。

【0054】さらに本発明にかかわる顔料分散剤を添加した顔料はニトロセルロースラッカー、焼付けメラミンアルキド塗料、常乾アルキド塗料、ウレタン系樹脂塗料、アクリルラッカー、アミノアクリル樹脂焼付け塗料、ポリアミド/硝化綿インキ、各種ロジン変性樹脂等のオフセットインキ、ライムロジンインキ、塩化ビニル樹脂インキ等でも凝集を起こさず良好な分散性を示した。

た。

【0055】

【発明の効果】本発明の顔料分散剤はインキ、塗料などの非水系ビヒクルに対し、ほぼ全てのアゾ系顔料において顕著な改善効果を発揮し、インキ及び塗料などの流動性を著しく改善するだけでなく、顔料の凝集を防ぎ、鮮明で優れた光沢を有する被膜を得ることができる。さらに本発明の顔料分散剤は、その調製の容易さから実用的にも極めて有用である。